ガスクロマトグラフおよび Agilent 255 化学発光窒素検出器 (NCD) によるニトロソアミン分析

技術概要

緒言

ニトロソアミンは発癌性の疑いのある物質です。これらの化合物は、加工肉製品、タバコ、ゴム製品、化粧品、その他の消費財、環境マトリクスなどの中に出現する可能性があります。化学発光窒素検出器を組み合わせたガスクロマトグラフは、ニトロソアミン分析のための信頼性や感度が高い分析手段となります。

自然発生または添加硝酸エステル、亜硝酸エステル、アミンなどから形成されるニトロソアミンの健康への影響に関する懸念が高まってきました。これらの N-ニトロソ化合物の数種類は、米国環境保護庁および食品医薬品局により発癌性物質と分類されています。一部のニトロソアミンは突然変異誘発物質で、非常に低濃度でも先天性欠損症を生じる恐れがあることが、他の研究から示されてきました。これらの毒性化合物を測定するための効率的な分析技術が多くの業界で必要とされています。

Agilent 255 化学発光窒素検出器 (NCD) に連結されたキャピラリガスクロマトグラフは、ニトロソアミン分析を行うための迅速で選択性の高い手段です。図 1 にこれを図解し、表 1 には対象の代表的なニトロソアミンの化合物名およびリテンションタイムを記載しています。Agilent デュアルプラズマ NCD は、一体型ニトロソアミンモードとともに特別設計されました。NCD は特異性が高く、炭化水素に対してほとんどまたは全くレスポンスを示しません。NCD は、窒素リン検出器 (NPD) や炎光光度検出器 (FPD) などのその他の窒素特異的検出器でよく見られる消光にも影響されません。ニトロソアミンモードにより、ニトロソアミンを選択的に測定するバーナー条件を最適化することが可能になります。

Agilent NCD が提供する別の利点は、NPD と違い、窒素化合物に対するレスポンスは等モルであるということです。NPD からのレスポンスは、化合物中の窒素の結合状況に応じて、30 倍程度変動する可能性があります。これによりキャリブレーションが複雑になり、未知化合物。

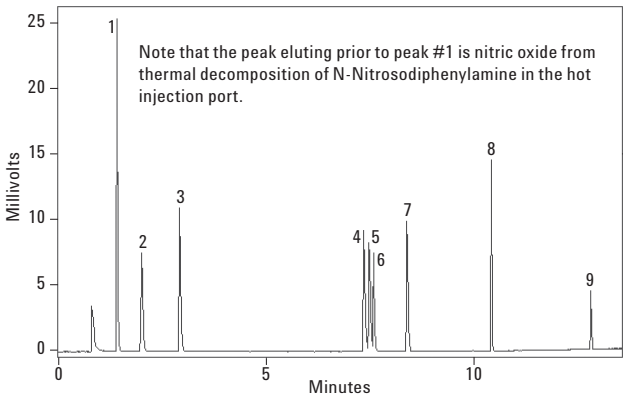

図 1. GC/NCD によるニトロソアミン (濃度 2 µg/mL) の分析。

表 1. 図 1 で図示されたニトロソアミン(濃度 2 µg/mL)

ピーク番号	化合物	リテンションタイム (分)	% RSD
1	N-ニトロソジメチルアミン	1.45	4.6
2	N-ニトロソメチルエチルアミン	2.04	5.1
3	N-ニトロソジエチルアミン	2.96	5.6
4	N-ニトロソピロリドン	7.39	5.2
5	N-ニトロソモルホリン	7.52	5.4
6	N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	7.63	5.2
7	N-ニトロソピペリジン	8.42	4.1
8	N-ニトロソジ-n-ブチルアミン	10.45	4.4
9	N-ニトロソジフェニルアミン	12.84	15.4

の定量を著しく困難にする可能性があります。しかし、NCD はこれらの問題を克服します。ニトロソアミンモードでは、NCD レスポンスは熱不安定なニトロソ部分の存在にのみ比例します。優れた直線性および再現性も、GC 検出器での重要な特性です。NCD は少なくとも 4 桁にわたり直線的で、長期間良好な安定性を示します。Agilent NCD から得られた再現性の例を表 1 に示します。4.5 日間100 ppb で 9 成分のニトロソアミン混合物を 33 回注入しました。パーセント相対標準偏差 (%RSD) は、長期間非常に優れた精度を示しました。N-ニトロソジフェニルアミンでの大きな偏差は、その化合物の注入口での分解が理由と考えられます。表 2 には、この分析のクロマトグラフ条件を記載しています。

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

表 2. 分析のクロマトグラフ条件 - HP-5

インジェクタ温度	**200 °C**	**カラムの種類**	**HP-5**
初期温度、時間	60 °C、5 分	カラム長	30 m
ランプ速度 (1)、温度 (1)	8 °C/min、85 °C	内径	0.32 mm
ランプ速度 (2)、温度 (2)	25 °C/min、180 °C、3 分	膜厚	0.25 µm
注入量、種類	1 µL、10:1 スプリット	カラム流量	1.7 mL/min

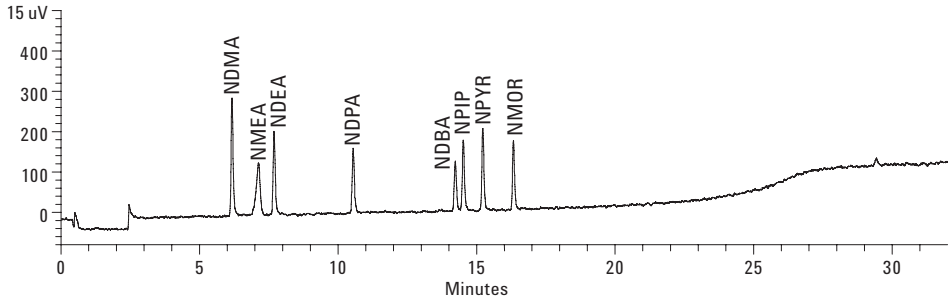

図 2. 分析のクロマトグラフ結果 - DB-WAX[1]。

表 3. 分析のクロマトグラフ条件 - DB-WAX

インジェクタ温度	**53 °C (オーブントラック)**	**カラムの種類**	**DB-WAX**
初期温度、時間	50 °C、1 分	カラム長	30 m
ランプ速度 (1)、温度 (1)	6 °C/min、200 °C	内径	0.53 mm
		膜厚	1 µm
注入量、種類	2 µL、オンカラム	カラム流量	3.5 mL/min、一定

[1] 極性選択性およびサンプル数が大きいため、ニトロソアミンの分析には、内径 0.53 mm の Carbowax タイプの液相が推奨されます。図 2 に示したクロマトグラムは、ニトロソアミンの公称 100 ng/mL (顧客提供) の標準溶液のものです。注入量はオンカラムで 2 µL でした。このクロマトグラムは優れた感度を示しています。表 3 には、この分析の条件を示しています。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
May 21, 2007
5989-6773JAJP

Agilent Technologies